

## METHOD AND DEVICE FOR SPRAY THERMAL DECOMPOSITION

Patent Number: JP5253468  
Publication date: 1993-10-05  
Inventor(s): SHINTANI SHOGO; others: 03  
Applicant(s):: OOGAWARA KAKOKI KK  
Requested Patent:  JP5253468  
Application: JP19920051474 19920310  
Priority Number(s):  
IPC Classification: B01J19/00 ; B01J2/04 ; B01J19/00  
EC Classification:  
Equivalents: JP3201818B2

---

### Abstract

---

PURPOSE: To cool carrier gas after thermal decomposition and product fine particles with the turbulence of gas in a reaction chamber not caused even by the introduction of cooling gas by making the lower part of the reaction chamber be of semidouble construction, introducing cooling gas between the partitions of the semidouble construction and indirectly cooling the solid-gas mixture after spray thermal decomposition.  
CONSTITUTION: Feed liquid is sprayed from a sprayer 4 arranged in the upper part of a vertical reaction chamber 2 into the reaction chamber and simultaneously the sprayed feed liquid is given thermal decomposition after solidification in the reaction chamber 2 and the obtained powder is taken from the lower part of the reaction chamber 2. At that time, the lower part of the reaction chamber 2 is formed into a reverse truncated cone and simultaneously made to be of semidouble construction of an inner partition 6 and an outer partition 7. Cooling gas is introduced from a cooling gas introducing opening 10 installed outside the lower part of the reaction chamber 2 to indirectly cool the solid-gas mixture after spray thermal decomposition. As a result, with the turbulence of gas in the reaction chamber not caused even by the introduction of cooling gas, carrier gas after thermal decomposition and product fine particles are cooled.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-253468

(43)公開日 平成5年(1993)10月5日

| (51)Int.Cl. <sup>5</sup>                         | 識別記号                                  | 府内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--|---------------------------------------|--------|-----|--------|
| B 01 J 19/00<br>2/04<br>19/00<br>// C 01 B 13/34 | N 7310-4G<br>301 D 7310-4G<br>8516-4G |        |     |        |
|  |                                       |        |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数7(全6頁)

|          |                 |         |   |
|----------|-----------------|---------|---|
| (21)出願番号 | 特願平4-51474      | (71)出願人 | 000206439<br>大川原化工機株式会社<br>神奈川県横浜市緑区池辺町3847 |
| (22)出願日  | 平成4年(1992)3月10日 | (72)発明者 | 新谷 省吾<br>神奈川県横浜市緑区池辺町3847 大川原化<br>工機株式会社内   |
|          |                 | (72)発明者 | 小寺 彰<br>神奈川県横浜市緑区池辺町3847 大川原化<br>工機株式会社内    |
|          |                 | (72)発明者 | 相島 静夫<br>神奈川県横浜市緑区池辺町3847 大川原化<br>工機株式会社内   |
|          |                 | (74)代理人 | 弁理士 渡邊 一平                                   |

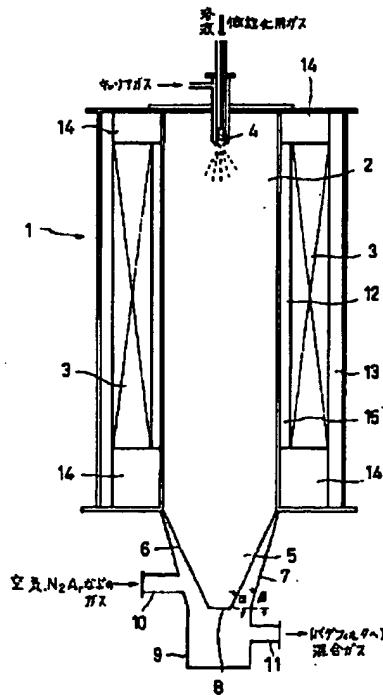
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 噴霧熱分解方法および装置

(57)【要約】

【構成】 原液を堅型反応室2の上部から反応室2内に噴霧するとともに、噴霧された原液を反応室2内において固化後熱分解し、得られた粉体を反応室2下部より取り出す噴霧熱分解方法において、反応室2下部を内側隔壁6と外側隔壁7の半二重構造とし、冷却用ガスを導入して、噴霧熱分解後の固気混合物を間接的に冷却する噴霧熱分解方法である。堅型反応室2と、反応室2の上部に配置された噴霧器4とを備えた噴霧熱分解装置1において、反応室2の下部を逆円錐台状に形成するとともに内側隔壁6と外側隔壁7の半二重構造とし、反応室2下部の外側部に冷却用ガス導入口10を設けた噴霧熱分解装置である。

【効果】 冷却用ガスの導入によっても反応室のガスの乱れを生じることなく、熱分解後のキャリアガス及び製品微粒子を冷却することができる。また粉体の堆積も殆どなく、連続的に製品微粒子を取り出す連続運転が可能となる。



1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 原液を竪型反応室の上部から反応室内に噴霧するとともに、噴霧された原液を反応室内において固化後熱分解し、得られた粉体を反応室下部より取り出す噴霧熱分解方法において、反応室下部を半二重構造とし、冷却用ガスを該半二重構造の隔壁間に導入して、噴霧熱分解後の固気混合物を間接的に冷却することを特徴とする噴霧熱分解方法。

【請求項2】 冷却用ガスが空気、N<sub>2</sub>ガスまたはArガスである請求項1記載の噴霧熱分解方法。

【請求項3】 冷却用ガス温度が40～120℃である請求項1記載の噴霧熱分解方法。

【請求項4】 冷却用ガスにより、粉体を同伴するガス温度を70～260℃まで冷却する請求項1記載の噴霧熱分解方法。

【請求項5】 竪型反応室と、該反応室の上部に配置された噴霧器とを備えた噴霧熱分解装置において、該反応室の下部を逆円錐台状に形成するとともに半二重構造とし、反応室下部の外側部に冷却用ガス導入口を設けたことを特徴とする噴霧熱分解装置。

【請求項6】 反応室の外側に、該反応室を取り囲んで加熱炉を設けた請求項5の噴霧熱分解装置。

【請求項7】 反応室下部の半二重構造が、底部に粉体取出し口を有する内側隔壁とそれを取り囲む外側隔壁からなる請求項5の噴霧熱分解装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、噴霧熱分解方法および装置に関する。

## 【0002】

【從来の技術】 ファインセラミックスのよりファインな性質は、原料の純度、化学組成、微細な組織の制御により初めて得ることができる。製造プロセス、特に原料の合成法が製品開発の鍵を握ることも少なくない。高純度かつ化合物・混合物の場合の組成の高均一性、また微細で反応活性が高いことが原料粉体に共通して求められる。このような性質を有するセラミックス粉体を得るためにの合成法は種々考案されているが、微細、高純度、高組成均一性の要求を満たすための合成法として気相や液相を経由した合成法がある。從来の固相を用いた場合と異なり、液相を経由した合成法は各構成元素が原子オーダーで混合していると考えられている。液相法は、溶媒中に存在する金属元素を水酸化物、硝酸塩、硫酸塩、炭酸塩などにして析出させ、これを熱分解して酸化物微粉末を合成する方法である。液相法には、金属塩の析出方法や熱分解の方法の違いにより多くの方法が開発されているが、噴霧熱分解法はその一方法である。

【0003】 噴霧熱分解法は、金属塩溶液を、熱分解が起こる温度以上の高温に保持した雰囲気中に微細な液滴として噴霧し、極めて短時間で溶媒の蒸発、金属塩の析

出、その熱分解を行ない、酸化物（非酸化物も可能）微粉末を合成する方法である。この方法による粉末は、原子スケールでの組成均一性や微量成分元素の均一分散性の利点を有しており、分散性のよい微粒子が得られる。そして、たとえ乾燥、熱分解による組成の不均一性があっても、それは分割された微粒子内に物理的に限定されるので、成分の再配列による組成分離が少ない。また、噴霧された個々の溶液に含まれる成分の割合は、調整された溶液のそれに極めて近く、そのため成分の分散を厳密に制御することができる。

【0004】 以上説明したように、噴霧熱分解法は、ファインセラミックスや酸化物超電導材料の原料の金属塩溶液を、例えば500～1300℃の高温の熱分解装置に霧状に噴霧し、極めて短時間に熱分解・反応または合成を行ない、微粉末を製造する方法である。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、このような從来の噴霧熱分解法は、実験室的段階に留まっている状況で、試験規模の非常に小さいものしかなく、また

20 運転時間も短く、連続運転性を考慮したものはなかった。また、製品回収は、反応室下部に堆積した製品微粒子を運転終了後に、運転終了の都度回収するという方法が採られていた。従って本発明は、上記のような從来の課題を解決し、製品を連続的に回収できるようにした噴霧熱分解方法と装置を提供することを目的とするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 そして、その目的は、本発明によれば、原液を竪型反応室の上部から反応室内に噴霧するとともに、噴霧された原液を反応室内において固化後熱分解し、得られた粉体を反応室下部より取り出す噴霧熱分解方法において、反応室下部を半二重構造とし、冷却用ガスを該半二重構造の隔壁間に導入して、噴霧熱分解後の固気混合物を間接的に冷却することを特徴とする噴霧熱分解方法により達成することができる。

【0007】 また、本発明によれば、竪型反応室と、該反応室の上部に配置された噴霧器とを備えた噴霧熱分解装置において、該反応室の下部を逆円錐台状に形成するとともに半二重構造とし、反応室下部の外側部に冷却用ガス導入口を設けたことを特徴とする噴霧熱分解装置が提供される。なお、本発明の噴霧熱分解方法では、冷却用ガスの種類としては噴霧される原液により異なるが、一般に空気、N<sub>2</sub>ガスまたはArガスを用いることが好ましく、また冷却用ガスの温度としては40～120℃が好ましい。さらに、冷却用ガスにより粉体を同伴したガス温度を70～260℃まで冷却することが、下流側のサイクロン、バグフィルター等の固気分離装置の耐熱性に鑑みて好ましい。

【0008】 一方、噴霧熱分解装置としては、反応室内

50 雰囲気を熱分解温度以上に高く保持するため、反応室の

外側に反応室を取り囲んで加熱炉を設けることが好ましい。なお、原液とガスとが接触し、燃焼等の反応熱により高温になる場合には、加熱炉は特に必要でない。また、反応室下部の半二重構造としては、底部に粉体取出し口を有する内側隔壁（内部構造）とそれを取り囲む外側隔壁（外部構造）とからなる構造が好ましい。

## 【0009】

【作用】本発明者は、製品微粒子の品質を落とすことなく、かつ反応室内部の反応に影響を与えることなく製品微粒子を連続的に回収するために、得られる製品微粒子の温度を下げるべく種々検討したところ、豊型反応室下部に冷却用のガスを直接注入したのでは、反応室内部におけるガス流に乱れが生じ、噴霧熱分解に好ましくないことを見出した。そこで、豊型反応室の下部において、冷却用のガスの流れが製品微粒子を運搬するキャリアガスと直接接觸するような方法で注入すること止め、反応室の下部を半（セミ）二重構造とする構成を採用し、間接接觸するような方法で冷却用のガスを注入することとしたのである。

【0010】即ち、反応室下部のセミ二重構造は、その内部構造が、逆円錐台状で底部に粉体取出し口を有する内側隔壁を形成しており、その外部構造が内側隔壁を包んだ構造を有する。冷却用ガスは、内側隔壁の外側面に向かって注入されるので、外側面を冷却して反応室下部内の粉体を同伴したキャリアガスと熱交換を行ない、また注入された冷却用ガスは内側隔壁の外側面に衝突することによって運動エネルギーを失って流速が減速される。次に、冷却用ガスは、内側隔壁底部の粉体取出し口からのキャリアガスと混合することによりキャリアガスをさらに冷却し、かつキャリアガスと共に落下してきた製品微粒子を混合し、攪拌し、そして冷却する。

【0011】その結果、下流側に配置されるサイクロン、バグフィルタなどの固・気分離装置に通ずる、反応室下方部の冷却用ガスとキャリアガスとの混合室において、適温の製品微粒子を同伴するガスを得ることができる。また、内側隔壁の側面は、反応室から混合室への熱輻射の影響を防止することができる。内側隔壁の側面は、注入されたガスによって外側から冷却されるので、高耐熱性の材料を側面に使用する必要はなく、インコネル、ハステロイ、ステンレスなどの通常の金属材

料を使用することができる。内側隔壁6の傾斜角 $\alpha$ は、製品微粒子が流動し易くするため40~80°、好ましくは45~75°に形成する。

## 【0012】

【実施例】次に、本発明の実施例を図面に基づいて更に詳しく述べるが、本発明はこれらの実施例に限られないものではない。

（実施例1）図1は、本発明の噴霧熱分解装置の一例を示す概略断面図である。図1において、噴霧熱分解装置1は、豊型反応室2と、豊型反応室2の外側を囲んでなるファーネス3と、豊型反応室2の上部に配置された噴霧器たる二流体ノズル4を備えている。豊型反応室2の下部5は、底部に粉体取出し口8を有する逆円錐台状の内側隔壁（ホッパー）6と、同じく逆円錐台状の外側隔壁7と、外側隔壁7から下方に連続して形成される混合室9とからなり、セミ二重構造に構成されている。また、外側隔壁7には冷却用ガス注入口10が設けられ、混合室9には図示しない下流側のバグフィルターなどの固気分離装置に通じる吸引口11が、それぞれ設けられている。

【0013】また豊型反応室2は、300mm $\phi$  × 100mm（高さ）の石英管12を採用した。ファーネス3は、温度調節のできる電気ヒーターと耐火物から構成され、石英管12との間に空間15を設けた。ファーネス3の上部、下部は各々耐火物14によって保持され、熱ロスを防止するためファーネス3の外側には保温部材13を配設してある。又、内側隔壁（ホッパー）6の傾斜角 $\alpha$ は60°とした。逆円錐台状の外側隔壁7の傾斜角 $\beta$ は、内側隔壁6の傾斜角 $\alpha$ よりも約10°大きくとった実施した。

【0014】原料溶液としては、硝酸アルミニウムと珪酸エチルのムライト（3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 2SiO<sub>2</sub>）組成として0.2mol/lとなるように水およびエタノール（50:50v/o%）を加えて調整した溶液を行い、二流体ノズルの微粒化用ガス、キャリアガス、および冷却用ガスに夫々空気を用いて、表1の条件で運転を行ない、表1の結果を得た。

## 【0015】

## 【表1】

5

6

| No.                             | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   | 7   | 8   | 9   |
|---------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 溶液流量 g/h                        | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1   | 1   | 1.5 | 1.5 |
| 反応室内温度 °C                       | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 600 | 600 | 900 | 900 |
| 冷却用ガス温度 °C                      | 20  | 40  | 120 | 140 | 140 | 20  | 40  | 120 | 140 |
| 混合後ガス温度 °C                      | 150 | 167 | 233 | 250 | 233 | 100 | 117 | 250 | 267 |
| 冷却用ガス流量<br>Nm <sup>3</sup> /min | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.6 | 0.4 | 0.4 | 0.5 | 0.5 |
| 反応室下部での結露                       | 有   | 無   | 無   | 無   | 無   | 有   | 無   | 無   | 無   |
| 冷却効果                            | 良好  | 良好  | 良好  | 不十分 | 良好  | 良好  | 良好  | 不十分 | 不十分 |

【0016】表1の結果から、冷却用ガス注入口10から空気を表1の条件で注入して、反応後のキャリアガスと製品微粒子の温度の低下、反応室下部5の状況を調べたところ、40°C未満の温度の冷却用ガスの注入では、局所的に温度が下がり過ぎ、壁面に結露が生じ、製品微粒子がその部分に付着する。また、反応室下部5の金属部材が腐蝕され易くなることが分かった。一方120°Cを超える温度の冷却用ガスの注入では、冷却効果が小さく、大量のガスの導入が必要となる。従って、冷却用ガスの最適温度は40～120°Cであることが分かった。このような温度範囲の冷却用ガスの使用により、反応室の下部5のセミ二重構造内における冷却効果を保持することができるので、これを構成するホッパー6、外側隔壁7、混合室9、冷却用ガス注入口10、および吸引口11の部材として、インコネル、ハステロイ、ステンレ

スなどの通常の金属を使用したが特段の支障はなかった。

【0017】(実施例2) 実施例1と基本的に同一の装置、同一の原料溶液を用い、反応室下部の混合室の構造を図2、図3、表2のように変えて、反応室内のガスの乱れ、混合室下部温度への影響を調べた。なお、図2では、内側隔壁(ホッパー)6の外側に、外側隔壁21を反応室2に外挿して混合室22とした。図3は、噴霧熱分解装置1の反応室2の下部をそのまま混合室31とし、その最下部側部中心部に冷却用ガス注入口10を吸引口11と対向して設けた状況を示す。その条件、結果を表2に示す。

【0018】

【表2】

| No.                       | 1    | 2    | 3    | 4    | 5   | 6   |
|---------------------------|------|------|------|------|-----|-----|
| 冷却方法                      | 図2   | 図2   | 図2   | 図2   | 図2  | 図3  |
| 反応室内温度 °C                 | 800  | 800  | 800  | 800  | 800 | 800 |
| 冷却用ガス温度 °C                | 40   | 40   | 40   | 40   | 40  | 40  |
| 混合後ガス温度 °C                | 167  | 167  | 167  | 167  | 167 | 167 |
| 冷却用ガス量<br>ガス比率—<br>反応後ガス量 | 5    | 5    | 5    | 5    | 5   | 5   |
| ホッパー傾斜θ deg               | 35   | 40   | 45   | 80   | 85  | —   |
| ホッパーへの<br>粉体の堆積           | あり   | 少しあり | 少しあり | なし   | なし  | —   |
| 混合室下部<br>外表面温度 °C         | 180  | 195  | 205  | 270  | 290 | 330 |
| 反応室のガスの乱れ                 | 殆どなし | 殆どなし | 殆どなし | 少しあり | あり  | あり  |

【0019】表2の結果を評価するに際し、反応室内のガスの乱れがある場合には反応室内に粉体の片寄り付着が発生するので、その付着の有無で判断した。なお、製品微粒子の平均粒子径は2 μmであった。表2の結果から、内側隔壁（ホッパー）6の傾斜角が40～80°の場合に反応室のガスの乱れ、粉体の堆積が殆どないことが判明した。また、図3のように、内側隔壁を設けない構造では、反応室のガスの乱れが大きいことも確認できた。

#### 【0020】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の噴霧熱分解装置および装置によれば、冷却用ガスの導入によっても反応室のガスの乱れを生じることなく、熱分解後のキャリアガス及び製品微粒子を冷却することができる。また粉体の堆積も殆どなく、連続的に製品微粒子を取り出す連続運転が可能となる。さらに反応室下部のホッパーは、冷却用ガスによって冷却されるので、高耐熱性の材料を使用する必要はなく、通常の金属材料を使用することができます。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の噴霧熱分解装置の一例を示す概略断面図である。

【図2】反応室下部の構造の一例を示す説明図である。

【図3】反応室下部の構造の他の例を示す説明図である。

#### 【符号の説明】

- 1 噴霧熱分解装置
- 2 反応室
- 3 フーネス
- 4 二流体ノズル
- 5 反応室の下部
- 6 内側隔壁（ホッパー）
- 7 外側隔壁
- 8 粉体取出し口
- 9 混合室
- 10 冷却用ガス注入口
- 11 吸引口
- 12 石英管

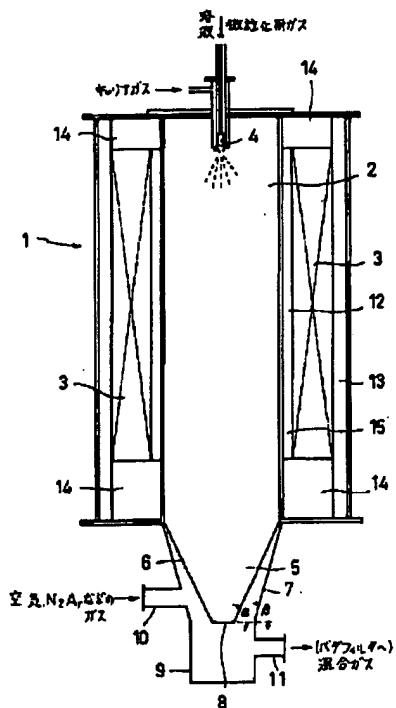
9

13 保温部材  
14 耐火物  
15 空間

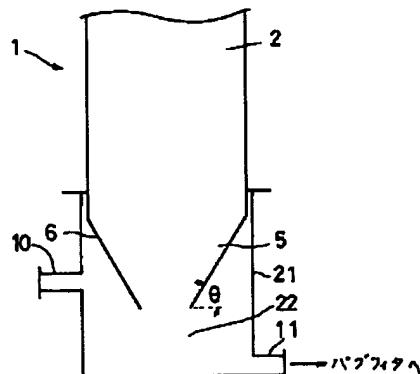
2 1 外側隔壁  
2 2 混合室  
3 1 混合室

10

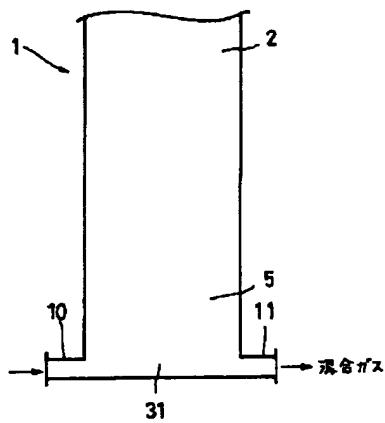
[図 1]



[図2]



[図3]



## フロントページの続き

(72)発明者 伊藤 崇  
神奈川県横浜市緑区池辺町3847 大川原化  
工機株式会社内

